CRYSTAL GROWING DEVICE

Patent Number:

JP3012389

Publication date:

1991-01-21

Inventor(s):

KUBO TAKAYUKI; others: 03

Applicant(s)::

SUMITOMO METAL IND LTD

Requested Patent:

☐ JP3012389

Application Number: JP19890145829 19890608

Priority Number(s):

IPC Classification:

C30B15/14 : H01L21/208

EC Classification:

Equivalents:

JP2019197C, JP7045355B

Abstract

PURPOSE:To reduce the amount of a raw material in a crucible at the time of completing pulling-up and to enhance the production yield of crystal by providing a heat shielding body for shielding radiation heat due to a heater to the lower part of the heater provided around the crucible in the case of pulling up and growing crystal in a molten laver method.

CONSTITUTION: A heater 2 is provided around a crucible 1 and also at least one of heat shielding body 22 for shielding radiation heat due to the heater 2 is provided to the lower part thereof. A raw material 7 for crystal is supplied to the crucible 1. Crystal 5 is grown by pulling up melt 6 to the upper part while the raw material is melted by the heater 2 toward the lower side from the upside. Thereby radiation heat radiated in the part wherein the solid layer 7 in the crucible 1 is formed, namely in the vicinity of the lower side of the crucible 1 is absorbed by the heat shielding body 22. The ratio of the solid layer 7 is made large for the molten layer 6. The solid layer 7 can be made thicker than a floating limit.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

Ref. #11 99-3590 (2702) Hariprasad Sreedharamurthy 09/757,121

◎ 公 開 特 許 公 報 (A) 平3-12389

®Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

④公開 平成3年(1991)1月21日

C 30 B 15/14 H 01 L 21/208 8618-4G P 7630-5F

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全8頁)

会発明の名称 結晶成長装置

②特 願 平1-145829

20出 願 平1(1989)6月8日

⑫発 明 者 久 保 高 行 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株 式会社内

@発 明 者 藤 原 俊 幸 大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番33号 住友金属工業株式会社内

@発 明 者 宮 原 俊 二 大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番33号 住友金属工業株式会社内

@発 明 者 小 林 純 夫 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株 式会社内

D出 願 人 住友金属工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番33号

⑪出 願 人 住友金属工業株式会社 ⑭代 理 人 弁理士 河野 登夫

明細書

- 1. 発明の名称 結晶成長装置
- 2. 特許請求の範囲
 - 1. るつぼ内の結晶用原料を、前記るつぼの周 囲に設けたヒータにて上側から下側へ向けて 溶融しつつ、その溶融液を上方へ引き上げて 結晶を成長させる装置において、

前記ヒータの下方に、該ヒータによる輻射 熱を遮蔽する熱遮蔽体を少なくとも1つ設け たことを特徴とする結晶成長装置。

3. 発明の詳細な説明

. (産業上の利用分野)

本発明は例えば半導体装置の材料として使用されるシリコン単結晶等の結晶を成長させる装置に 関する。

〔従来技術〕

単結晶を成長させるには種々の方式があるが、 その中に例えばチョクラルスキー法(C2 法) 等の 回転引上げ方式がある。第6図は従来の回転引上 げ方式の結晶装置の模式的縦断面図であり、図中

1はるつぼである。該るつは1は有底円筒状の石 英製の内層保持容器1bと該内層保持容器1bの外側 に内層保持容器1bを保持すべく嵌合された同じく 有底円筒状の黒鉛製外層保持容器laとにて構成さ れている。るつぼ1の外側には抵抗加熱式ヒータ 12が、その更に外側には図示しない黒鉛製の保温 筒が夫々同心円筒状に配設されており、るつぼ1 内には所定重量の原料をヒータ12により溶融させ た溶融液13が充塡されている。前記るつぼ1の中 心軸上には図中矢符方向に所定速度で回転する引 上げ棒(またはワイヤー、以下両者を合わせて 「引上げ棒」と記す)14が配されている。るつぼ 1は引上げ棒14と同一軸心で逆方向に所定速度で 回転するるつぼ支持軸14a にて支持されている。 そして該引上げ棒14に取付けられた種結晶15aを、... 溶融液13の表面に接触させ、引上げ棒14を結晶生 成に合わせて回転させつつ上方へ引き上げていく ことにより、溶融液13を凝固させ、単結晶15を成 長させる.

従来、半導体単結晶を回転引上げ方式にて成長

上記偏析の発生を抑制して回転引上げ法により 単結晶を成長させる方法として溶融層法がある。

第7図は該溶融層法による従来の結晶成長装置 の模式的縦断面図であり、第6図と同様に構成さ れたるつば1内に挿入した単結晶用原料の上層部

次元モデルにて説明できる。この際、初期充塡量 1に対する結晶引き上げ率を「・・溶融液(層) の重量比を「・・原料の重量比(原料比・下部固 体率)を「・・「・=「・+「・とおくと次式(1) の如く定義される。

【。+「。=「。+「、+「、+「。= 1 … (1) なお、CZ法等の回転引上げ方式では原料として 高純度多結晶が用いられることが多いが、まず、 より一般的に原料中の不純物濃度 C。 ≠ 0 の場合 を説明する。また図において左方をるつば1上面 倒とする。

第8図は原料をるつば1内に挿入した直後の状態を示し、「・・1である。第9図は第8図の原料が原料上面から「、だけ溶融され、それに不純物を添加した初期溶解終了時の状態を示す。 C。は初期融液中不純物濃度であり、「。・「、である。第10図は結晶引き上げ中の変化を示す。 原料上面から「・だけ結晶を引き上げ、原料は更に「、だけ溶融される。C、は溶融液中の不純物濃度であり、C・は原料の不純物濃度である。「・ をヒータ12にて溶融させることにより、上層に溶 融層 6 が形成され、その下層は固体層 7 となる。 該固体層 7 を引上げ棒14の引上げに伴ってヒータ 12にて溶融することにより、るつぼ1 内の溶融液 量を一定に維持させる(溶融層厚一定法)。この 方法による場合には、実効偏折係数Keの値に拘わ らず単結晶の成長に伴って新たに不純物濃度の低 い固体層を溶かすことにより不純物濃度 C、を低 波させる。(特公昭34-8242号、特公昭62-880号、 実開昭60-32476号)。

また、単結晶15の成長に伴ってるつぼ1または ヒータ12を昇降させ、るつぼ1内の溶融液量を変 化させることにより、偏折を抑制する方法(溶融 層厚変化法)が特開昭61-205691 号に開示されて いる。

ところで、前述した溶融層法における偏析軽減の原理は、最初にるつぼ1内に充塡される溶融液の重量(初期充塡量)を1とし、原料上面から測った重量比×の位置における不純物濃度をC。(x)で表すことにより第8図~第11図に示すような一

から更に $\{\cdot, +\Delta\}$ 。だけ結晶を引き上げる間にC。・ Δ $\{\cdot, t\}$ だけ不純物を添加した場合 $\{\cdot, t\}$ に、 $\{\cdot, t\}$ に、 $\{\cdot, t\}$ に、 $\{\cdot, t\}$ に、 $\{\cdot, t\}$ に変化する。 $\{\cdot, t\}$ に変化する。 $\{\cdot, t\}$ に変化後の $\{\cdot, t\}$ の際、変化前の $\{\cdot, t\}$ のののでは、 $\{\cdot, t\}$ ののでは、 $\{\cdot, t$

$$C_{\iota} \cdot f_{\iota} + C_{\bullet} \cdot \Delta f_{\bullet} + C_{\bullet} \cdot \Delta f_{\bullet}$$

$$= C_{\bullet} \cdot \Delta f_{\bullet} + (C_{\iota} + \Delta C_{\iota}) \cdot (f_{\iota} + \Delta f_{\iota})$$

$$\cdots (2)$$

ここで

$$C_{\bullet} = Ke \cdot C_{\downarrow} \cdots (3)$$

但し、Ke: 実効偏析係数

であるので、これを(2)式に適用し、(2)式中の 2 次の微小項を省略することにより次式(4)を得る。

$$f : \frac{d C_i}{d f_*} + (Ke + \frac{d f_i}{d f_*}) C_i$$

$$= C_* + C_* \frac{d f_o}{d f_*} \qquad \cdots (4)$$

(4)式より例えば、理想的な場合としてC。=0

とし、結晶中不純物濃度 C 。 を以下の如く算出し、その偏析を求めることができる。 即ち通常のCZ法の場合は f 。 =0 . Δ f 、 $+\Delta$ f 。 =0 . C 。 =0 . C .

$$(1-f_*)\frac{dC_t}{df_*} + (Ke-1)C_t = 0$$
 ...(5)

これを(3)式に代入すると、

同様にして溶融層法の場合は d C 、 / d f 。 = 0 . C 。 = 0 とすると、(4)式により、

$$C_{a} = (Ke + \frac{d f_{i}}{d f_{i}}) C_{i} \cdots (7)$$

となり、これが無偏折引き上げを実現するための条件である。これを溶融層厚一定法に適用した場合は df、/df。-0とし、

が得られ、この不純物量C。を連続的に添加する ことにより、無偏析条件を実現させる。また、溶 融層厚変化法に適用した場合は不純物の連続添加

は溶融層 6 と固体層 7 との境界温度であり、原料の融点で決まる一定値である。 T。 は石英製の内層保持容器1bの底部上面の温度、T。 は石英製内層保持容器1bの底部下面と黒鉛製外層保持容器1aの底部下面温度、T。 は支持軸14a 下部の温度である。

ここでヒータ12の電力(発熱量)はほぼ一定に 設定されるので固体層 7、支持軸14a を介して熱 電導により下方へ放散される熱量 Q、は一定にな る。従って第9図より近似的に次式(II)が成立する。

$$Q_{1} = \lambda, S_{c} = \frac{T_{a} - T_{b}}{\ell_{1}}$$

$$= \lambda_{1} S_{c} = \frac{T_{b} - T_{c}}{\ell_{1}}$$

$$= \lambda_{c} S_{c} = \frac{T_{c} - T_{b}}{\ell_{c}}$$

$$= \lambda_{b} S_{b} = \frac{T_{c} - T_{c}}{\ell_{c}} \cdots (0)$$

但し、 ス・: 固体層7の熱伝導率

λ: 内層保持容器1bの熱伝導率

を行わないのでC。=0であり、(7)式より

$$\frac{d f_{i}}{d f_{i}} = -Ke \qquad \cdots (9)$$

が満足されるように結晶引上げに伴って溶融層厚 を変化させる。

第11図は引上げ終了時の分布を示すものである。 溶融層厚一定法では溶融液13下の固体層が全部溶 融してf。 = 0 となった後は、無偏析条件が成立 せず、(6)式に従って偏析が生じる。一方、溶融層 厚変化法では初期融液率をf、。とすると、(9)式よ

となる。Keくlなのでfi。=Keとすることにより引き上げ終了時まで無偏析条件を保つことができ、偏折が軽減される。

溶融層厚変化法において、溶融層厚の制御はヒータ12の発熱長、るつぼ1の深さ、保温筒の形状、材質を予め適切に選択することにより行われる。 第12図は第7図と同様の従来の結晶成長装置内の中心軸上の温度分布を示す説明図である。図中Ta

A。:外層保持容器laの熱伝導率

A。:支持軸14a の熱伝導率

S。:内曆保持容器lb内断面積

S。:支持軸14aの断面積

27: 固体層7の軸方向長さ

ℓ、: 石英製内層保持容器1bの底部の軸 方向長さ

& : 黒鉛製外層保持容器 laの底部の軸方向長さ

ℓ。:真空容器内支持軸14aの長さ

(1)式よりT、, T、, T、を消去すると、

$$\frac{T \cdot - T \cdot}{Q_1} = \frac{\ell_1}{\lambda_1 S_c} + \frac{\ell_1}{\lambda_1 S_c} + \frac{\ell_2}{\lambda_2 S_c} \cdots 02$$

一方、通常の結晶引上げにおいては溶融液 6 の 表面位置は一定に保たれるので、第 9 図中 ℓ は一 定であり、

 $\Delta \ell_{\bullet} + \Delta \ell_{-} + \Delta \ell_{-} = 0 \qquad \cdots 03$

但し、 & 、: 溶融層 6 の軸方向長さ

という関係が成立つ。また

$$\Delta \ell$$
. $/\Delta \ell$, $=\Delta f$. $/\Delta f$ 04

 Δ [・+ Δ [、+ Δ [・=0 …仍 であることを用いると、

これらを02式に適用すると、

$$\frac{\Delta f_{\bullet}}{\Delta f_{\bullet}} = -\frac{\Delta f_{\bullet} + \Delta f_{\bullet}}{\Delta f_{\bullet}}$$

$$= -1 - \frac{\Delta f_{\bullet}}{\Delta f_{\bullet}}$$

$$= -1 - \frac{\Delta \ell_{\tau}}{\Delta \ell_{\bullet}}$$

$$= -1 + \frac{\lambda_{\tau} S_{c}}{\lambda_{\tau} S_{c}} \cdots 07$$

となる。即ち、固体層7の伝熱性 λ , S 。 と、支持軸14a の伝熱性 λ 。S 。 が等しければ Δ f 、(溶 融層厚の変化量) は一定に保たれ、 λ 。S 。 > λ , S 。 であれば、 Δ f 、は引き上げに伴って減少すると

上述の如き問題点を解決するために本発明者等 は結晶の製造歩留りを向上させるべく研究、実験 を行ったところ、溶融層6と固体層7との比率は 従来技術で説明した伝熱条件以外に、前記保温筒 8から反射されるヒータ12の輻射熱流量 q の分布 に依存するということを知見した。つまり、原料 及び支持軸14a を介して熱伝導により下方へ拡散 される熱量が同じであれば、固体層7が形成され るべき位置に放射される前記輻射熱流量 q が小さ い程、溶融層6に対する固体層7の比率は大きく なる。ところが、従来の結晶成長装置において前 記保温筒 8 は、るつぼ 1 の上方から支持軸14a の 上端にわたる領域に、ヒータ12からの輻射熱を放 射せしめ、ヒータ12の加熱効率を向上させるので、 固体層7が形成されるべき位置に対応するるつぼ 1にも保温筒8から反射される輻射熱が放射され る。このため固体層7が必要以上に溶融され前記 固体層7の比率が小さくなり、引上げ終了時の原 料量が増大し、結晶の製造歩留りが悪い。そこで 固体層7を浮上限界よりも厚くすべく前記輻射熱

いうような伝熱条件が成立する。 該伝熱条件に基 づき溶融層厚の制御が可能となる。

(発明が解決しようとする課題)

上述の如く伽式に示した無偏折条件及び切式に示した伝熱条件に基づき溶融層厚変化法により引上げを実施した場合、理論的には結晶全長にわたって均一に偏折が抑制できるはずである。

しかしながら、溶融層法による結晶引上げにおいて半導体装置の材料として使用される結晶の原料の固体密度は、融液密度よりも小さいのでみが変換には結晶引上げが進行して固体層7の厚みがが溶融層6中に浮上し、結晶引上げの妨げとなる。このため、従来の結晶成長装置による結晶引上がが終済であっては、るつば1内に原料(溶融層6及があった。関係であった。

を減少させるためには、ヒータ12の下方に熱遮蔽体を設け、これにより、固体層 7 が形成されている部位、即ちるつば 1 の下側近傍へ放射される輻射熱を吸収すればよい。

本発明は斯かる知見に基づきなされたものであり、固体層 6 を浮上限界より厚くすることができ、引上げ終了時のるつぼ 1 の原料量を減少させ、結晶の製造歩留りを向上させる結晶成長装置を提供することをその目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明の結晶成長装置は、るつぼ内の結晶用原料を、前記るつぼの周囲に設けたヒータにて上側から下側へ向けて溶融しつつ、その溶融液を上方へ引き上げて結晶を成長させる装置において、前記ヒータの下方に、該ヒータによる輻射熱を遮蔽する熱遮蔽体を少なくとも 1 つ設けたことを特徴とする

(作用)

本発明の結晶成長装置にあっては、るつぼ1の 周囲に設けられたヒータ2の下方に、該ヒータ2 による輻射熱を遮蔽する熱遮蔽体が少なくとも 1 つ設けられる。該熱遮蔽体により、るつば 1 の下 側近傍に放射される前記輻射熱が吸収され、前記 るつぼ 1 の下側近傍への輻射熱量が減少する。

これによりるつぼ1の下側近傍に形成される固体層7の比率を溶融層6に対して大きくさせ、固体層7を浮上限界より厚くすることができ、溶融層6を効率よく引上げて結晶成長させ、引上げ終了時のるつぼ1内の原料量が減少される。

(実施例)

以下本発明を図面に基づき具体的に説明する。 第1図は本発明の結晶成長装置を示す模式的縦断 面図であり、図中10は所要の真空度に設定された チャンパを示す。該チャンパ10の上面中央部には 矢符方向に所定速度で回転する引上げ棒4がエア シールドされて貫通されている。該引上げ棒4に は種結晶5aが取付けられている。

チャンバ10の底面中央部には引上げ棒4と同一 軸心で後述する如く2重構造を有し、引上げ棒4 と逆方向に所定速度で回転するるつぼ1の支持軸

前記るつば1内には、所定重量の固形単結晶用原料の上層部をヒータ2にて溶融させることにより、上層の溶融層6及び下層の固体層7が形成されている。

また、チャンバ10の上部には小片または粒状の 固体原料を収納するホッパ(図示せず)より固体 原料を取り出し、秤量した後、原料をるつぼ1内 に投入できるようにした原料供給器11が配設され ている。

以上のように構成された結晶成長装置にあっては、所定重量の溶融層 6 及び固体層 7 を形成層 6 の別上げ棒 4 に取付けられた種結晶 5 a を溶融層 6 の要面に接触させる。そして引上げ棒 4 を結晶成長に合わせて回転させつつ上方へ引上げていくことにより、溶融液を凝固させ、単結晶 5 を成長させる。原料の溶融中、溶融後または結晶引上げ中には随時溶融液中へ不純物が添加される。

結晶の成長に伴い、るつば1の位置制御及び/ 又はヒータ2の温度制御により固体層7を溶融し、 引上げを行う。 4aがエアシールドされて貫通している。 該支持軸 4aの先端には有底円筒状の外層保持容器1aの内側に、石英製であり有底筒状の内層保持容器1bを嵌合させて2重構造としてあるるつぼ1が取付けられている。前記るつぼ1の上方のチャンパ10内には不純物を貯留する図示しない貯留箱が設けられており、その底蓋を図示しない開閉手段にて開けると内層保持容器1b内に不純物を添加できるようになっている。

るつば1の回転域のやや外側の位置には抵抗加熱式のヒータ2が、その更に外側のチャンバ10との間の位置にはるつぼ1の上方から支持軸4aの上端にわたる軸長方向長さを有する保温筒8が夫々同心円状に配設されている。ヒータ2は、その軸長方向長さがるつぼ1のそれよりも適当に短く、るつぼ1の底部よりやや上方に、軸長方向の下端部を位置させて配されている。

前記ヒータ2の下方には3個のモリブデン製の 輻射熱遮蔽体22,22,22がヒータ2と同軸状に配 設されている。

この際、保温筒 8 からるつぼ 1 の固体層 7 が形成されている部位、即ちるつぼ 1 の下側近傍へ放射される輻射熱は、前記輻射熱遮蔽体 22 を n 個設けた場合、保温筒 8 からるつぼ 1 の固体層 7 が形成されている部位へ放射される輻射熱量 q。 は、ステファンーボルツマンの法則により次式にて求められる。

$$q_{n} = \frac{1}{(\frac{2}{n-1})_{n} + (\frac{2}{n-1})} - \sigma (\theta_{n+1}^{4} - \theta_{n}^{4}) \cdots (\theta)$$

但し、ει:輻射熱遮蔽体22の放射率

€ ●:るつぼ1及び保温筒8の放射率

θ ...: 保温筒 8 の絶対温度

θ。: るつぼ1の絶対温度

σ:ステファンーポルツマン定数

(図式より、輻射熱遮蔽体22を設けない場合(n=0)の保温筒 8 からるつぼ 1 の固体層 7 が形成されている部位へ放射される輻射熱量 q。と上記輻射熱量 q。との熱液量比 q。 / q。 は、

$$\frac{q_{a}}{q_{a}} = \frac{1.22}{19a + 1.22} \dots (9)$$

但し、ε, =0.1(Mo製熱遮蔽体12の放射率) ε。=0.9(黒鉛製るつぼ1及び保温筒 8の放射率)

である。

第2図は⑪式により算出される無流量比 q。/ q。を熱遮蔽体22の個数に対応させて示したグラフであり、縦軸は熱流量比 q。/ q。, 機軸は熱流量比 q。/ q。, 機軸は熱流量比 q。/ 如如你体22を1個設けることにより熱流量比 q。/ q。 はn=0 の場合と比して94%減少する。また、 サースを減少させることができ、3個設けた場合は更に約1%減少できるという様に熱適・/ なっと反比例に熱流量比 q。/ q。は減少する。

(実験例)

本発明の結晶装置において熱遮蔽体22, 22, 22 として厚さ5 mm, 高さ 300 mm, 内径が夫々 300 mm,

れ、安定した形状に保持されることがわかった。

なお、本実施例においては熱遮蔽体22の材質をモリプデンとしたが、本発明の熱遮蔽体12の材質は耐熱性が良く、熱により変形せず、またガスが発生しにくい物質であればどのようなものでもよびのようなでもよびのなかがより、クングステン、クングル等でもよが例えばタングステン、クングでもよが例がある。 実験例のものに限るものではなり、近点が第3回に示すののにはないの本発明装置においていた。 と一夕2の下方に1個の熱遮蔽体22をヒーク2の同心状に設けた場合でも第2回にした如く熱流量比4、/q。は大幅に減少する。

(効果)

以上詳述した如く本発明の結晶成長装置にあっては、固体層 7 が形成されている部位、即ちるつは 1 の下側近傍に放射される輻射熱を遮蔽する熱遮蔽体22が少なくとも 1 つ設けられているので、該熱遮蔽体22により前記輻射熱が吸収される。これにより固体層 7 を浮上限界より厚くすることができ、引上げ終了時のるつぼ 1 内の原料量を減少

400mm.500mmのモリブデン製の円筒3個を、ヒータ2の下方にヒータ2と同心状に配設し、原料として多結晶シリコンを、不純物として原料に対する実効偏折係数Keが0.35であるリンを用いて、溶融層厚変化法による結晶引上げを行った。

また比較として熱遮蔽体を用いない従来装置に て同様の条件で結晶引上げを行った。

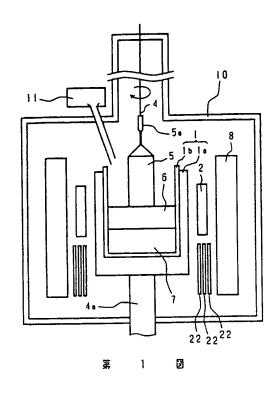
させ、結晶の製造歩留りを向上させることができ るという優れた効果を奏する。

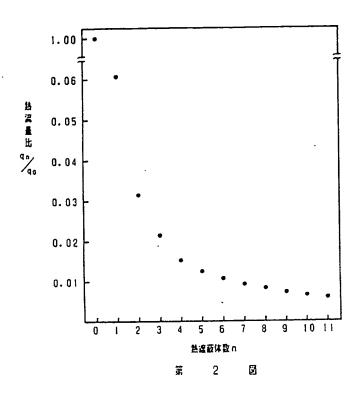
4. 図面の簡単な説明

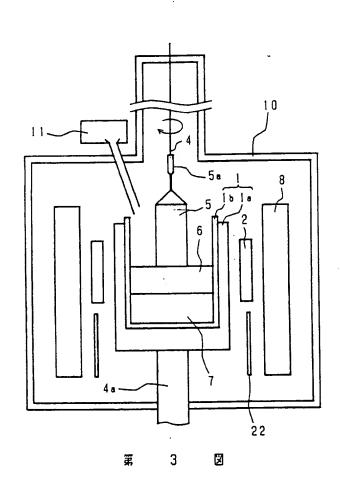
第1図は本発明の結晶成長装置を示す模式的縦断面図、第2図は本発明の結晶成長装置の輻射熱流量 q。と従来の結晶成長装置の輻射熱流量 q。と従来の結晶成長装置の輻射熱流量 q。とび来の結晶成長 を示すグラフ、第3図は本発明の結晶成長 を示す模式的経動面図、第4図は本発明の結晶成長 面を示す模式の関係であるのには、第6図は従来の結晶では、第6図は経路面図、第7図は経路面図、第7図は経路面図、第11図は経路面図、第12図は経路の原理を説明図、第12図は従来の結晶成長装置内の中心軸上の温度分布を示す説明図である。

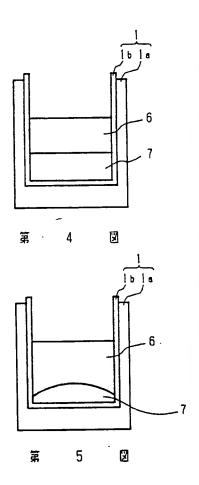
1 …るつぼ 2 …ヒータ 6 …溶融層 7 …固体層 22 … 熟遠蔽体

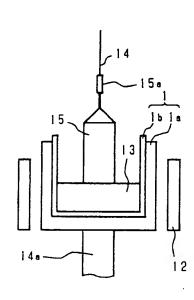
特 許 出願人 住友金属工業株式会社 代理人 弁理士 河 野 登 夫

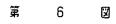


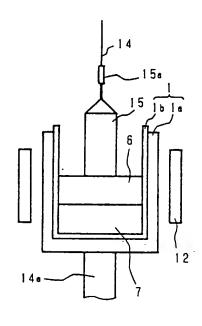






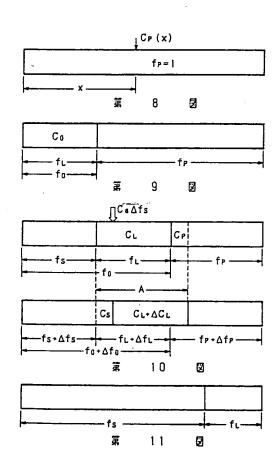


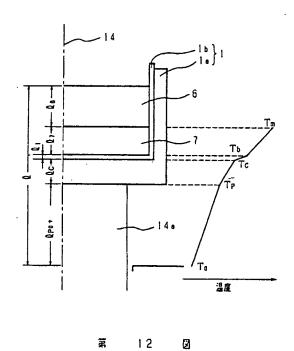




7

Z





第